

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORLED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-86438
(P2000-86438A)

(43) 公開日 平成12年3月28日 (2000.3.28)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト* (参考)
A 6 1 K 7/00		A 6 1 K 7/00	N 4 C 0 8 3 J

審査請求 未請求 請求項の数 4 F D (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願平10-279341	(71) 出願人	000145862 株式会社コーセー 東京都中央区日本橋3丁目6番2号
(22) 出願日	平成10年9月14日 (1998.9.14)	(72) 発明者	宮川 さつき 東京都北区栄町48番18号 株式会社コーセー 一研究本部内
		(72) 発明者	橘 清美 東京都北区栄町48番18号 株式会社コーセー 一研究本部内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 油中水型化粧料

(57) 【要約】

【課題】なめらかでのび広がり性に優れ、さっぱりした使用感とともにさらさら感が持続し、化粧持ち、化粧持続性に優れ、しかも、使用性、経時安定性に優れた油中水型化粧料を提供する。

【解決手段】次の成分 (A) 及び (B)

(A) 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体

(B) 部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物

を含有することを特徴とする油中水型化粧料。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 次の成分 (A) 及び (B)

(A) 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体
(B) 部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合体

を含有することを特徴とする油中水型化粧料。

【請求項2】 成分 (A) の複合粉体が、(a) ビニル基含有オルガノポリシロキサンと (b) オルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含む油系の中油型乳化物に触媒を加えて反応させ、球状微粒子の水分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合反応させた後、乾燥させて得られる複合粉体であることを特徴とする請求項1記載の油中水型化粧料。

【請求項3】 前記球状微粒子分散液の球状微粒子の平均粒径が、0.1~100 μ mであることを特徴とする請求項1~2のいずれかに記載の油中水型化粧料。

【請求項4】 成分 (A) の複合粉体の配合量が0.01~30重量%、成分 (B) の部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合体の配合量が0.1~30重量%であることを特徴とする請求項1~3のいずれかに記載の油中水型化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物を含有することにより、なめらかでのび広がり性に優れ、さっぱりした使用感とともにさらさら感が持続し、化粧持ち、化粧持続性に優れ、しかも、使用性、経時安定性に優れた油中水型化粧料に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 近年、化粧料においては、さっぱりとしてべたつきが少なく、また経時での化粧持ちを向上させるために、油剤としてシリコン油が多く使用されている。また、このような油剤を用いて乳化組成物を調製する際、通常乳化剤として、シリコン油と混和しやすい親油性のポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン系界面活性剤が汎用されている。一例として、油性成分に部分架橋型オルガノポリシロキサン重合体と低粘度シリコン油からなるシリコン組成物を含有し、乳化剤としてポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン系界面活性剤を用いて、経時安定性および使用感に優れた油中水型乳化化粧料（特開平3-796669号公報）や、部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物を低粘度シリコンとせん断力下で混練処理して得られるシリコン組成物を油剤として用いた場合、なめらかでさっぱりした優れた使用感が得られ、さらに無水ケイ酸や疎水性シリカを配合したり、糖

類、糖アルコール類、無機塩類を配合することによって経時安定性の向上をはかる技術が提案されている（特開平6-40847号、特開平6-40848号公報）。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 これらはさっぱりした使用感や経時安定性に優れたものの、後肌のさらさら感や化粧持ち、化粧持続性の点で充分満足のいくものではなかった。一方、使用性を向上するために、ポリオルガノシルセスキオキサン樹脂の微粒子や、ゴム弾性を有するシリコンゴム粉粒状物等のシリコン微粒子を化粧料に配合することが提案されている（特開平1-268615号公報、特公平7-053646号公報）。しかしながら、前者のポリオルガノシルセスキオキサン樹脂の微粒子を配合した化粧料は、ポリオルガノシルセスキオキサン微粒子粉体の硬度が高いため、さらっとしてはいるものの、硬い感触の違和感を与えるものであった。また、後者のゴム弾性を有する微粒子は、前者のような欠点は大幅に解消されているが、流動性が乏しいため取り扱い難しく、又、凝集性が強いいため、各種基材への均一分散が困難で基材との相溶性も悪い等、化粧料に配合するにはかなりの制限があった。したがって、良好な使用感、使用性、経時安定性に優れると共に、化粧持ち、化粧持続性の点でも満足のいく油中水型化粧料の開発が望まれていた。

【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究を行なった結果、油中水型化粧料において、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と、部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物を含有することにより、なめらかでのび広がり性に優れ、さっぱりした使用感とともにさらさら感が持続し、化粧持ち、化粧持続性に優れ、しかも、使用性、経時安定性に優れることを見出し本発明を完成するに至った。

【0005】 すなわち、本発明は、次の成分 (A) 及び (B)

(A) 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体
(B) 部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合体

を含有することを特徴とする油中水型化粧料である。以下、本発明について詳細に説明する。

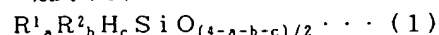
【0006】

【発明の実施の形態】 本発明に使用される成分 (A) の複合粉体は、(a) ビニル基含有オルガノポリシロキサン (b) オルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含む油系の中油型乳化物に触媒を加えて反応させ、球状微粒子の水分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合反応させた後、乾燥させて得られる複合粉体

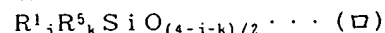
である。前記球状微粒子分散液の球状微粒子の平均粒径は、使用感、使用性において0.1~100 μ mが好ましい。

【0007】本発明の油中水型化粧料中、成分(A)の複合粉体の配合量は、効果の発現及び使用性において、0.01~30重量% (以下、単に「%」で示す。)が好ましく、更に好ましくは、0.05~20%である。また、この複合粉体は必要に応じて一種又は二種以上用いることができる。

【0008】本発明に使用される成分(B)である部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合体とは、オルガノハイドロジェンポリシロキサンと脂肪族不飽和基含有化合物とを付加重合させたもので、特開平4-272932号公報、特開平5-140320号公報等に記載されているものが例示される。部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合体は、下記一般式(1)



【式中、hは2~200の整数、iは0~200の整数、h+iは3~200の整数、mは2~6をそれぞれ示す】で表わされるポリオキシアルキレン及び/又は一般式(ロ)



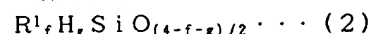
【式中、R¹は前記に同じ、R⁵は末端に脂肪族不飽和基を有する炭素数2~10の1価炭化水素基、jは1.0 \leq j \leq 3.0、kは0.001 \leq k \leq 1.5をそれぞれ示す】で表わされるオルガノポリシロキサンとの組合せにおいて、上記一般式(1)及び/又は一般式(イ)で表わされる成分を必須成分とする重合体である。

【0009】成分(B)の部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合体の配合量は、0.1~30重量%が好ましく、更に好ましくは0.5~20%の範囲で配合される。配合量がこの範囲であれば油中水型化粧料において特に良好なものが得られる。また、これらの部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合体は必要に応じて一種又は二種以上用いることができる。

【0010】本発明の油中水型化粧料には、本発明の効果を妨げない範囲で通常の化粧料に使用される油剤、ゲル化剤、粉体、アルコール類、水溶性高分子、油溶性高分子、皮膜形成剤、樹脂、紫外線吸収剤、保湿剤、防腐剤、抗菌剤、香料、塩類、酸化防止剤、PH調整剤、キレート剤、清涼剤、抗炎症剤、美肌成分(美白剤、細胞賦活剤、肌あれ改善剤、血行促進剤、皮膚収斂剤、抗脂漏剤等)、ビタミン類、アミノ酸類、核酸、ホルモン、包接化合物等を添加することができる。

【0011】油剤としては、通常の化粧料に使用されるものであれば、固体、半固体、液状の油剤のいずれのものも使用することができ、例えば、天然動植物油脂類、

【式中、R¹は同種又は異種の炭素数1~18の非置換、又は置換のアルキル基、アリール基、アラルキル基又はハロゲン化炭化水素基、R²は一般式C_nH_{2n}O(C₂H₄O)_d(C₃H₅O)_eR³{ここにR³は水素原子又は炭素数1~10の飽和脂肪族炭化水素基もしくは-(CO)-R⁴(R⁴は炭素数1~5の飽和脂肪族炭化水素基)で示される基、dは2~200の整数、eは0~200の整数、d+eは3~200の整数、nは2~6をそれぞれ示す}で示されるポリオキシアルキレン基、aは1.0 \leq a \leq 2.5、bは0.001 \leq b \leq 1.0、cは0.001 \leq c \leq 1.0をそれぞれ示す】で表わされるオルガノハイドロジェンポリシロキサン及び/又は一般式(2)



【式中、R¹は上記と同じ、fは1.0 \leq f \leq 3.0、gは0.001 \leq g \leq 1.5をそれぞれ示す】で表わされるオルガノハイドロジェンポリシロキサンと一般式(イ)

及び半合成油脂としては、アボガド油、アマニ油、アーモンド油、イボタロウ、エノ油、オリーブ油、カカオ脂、カボックロウ、カヤ油、カルナウバロウ、肝油、キャンデリラロウ、牛脂、牛脚脂、牛骨脂、硬化牛脂、キャウニン油、鯨ロウ、硬化油、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、コメヌカ油、サトウキビロウ、サザンカ油、サフラワー油、シアバター、シナギリ油、シナモン油、ジョジョバロウ、セラックロウ、タートル油、大豆油、茶実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコシ油、豚脂、ナタネ油、日本キリ油、ヌカロウ、胚芽油、馬脂、パシック油、パーム油、パーム核油、ヒマシ油、硬化ヒマシ油、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブドウ油、ベイベリーロウ、ホホバ油、マカデミアナッツ油、ミツロウ、ミンク油、綿実油、綿ロウ、モクロウ、モクロウ核油、モンタンロウ、ヤシ油、硬化ヤシ油、トリヤシ油脂肪酸グリセライド、羊脂、落花生油、ラノリン、液状ラノリン、還元ラノリン、ラノリンアルコール、硬質ラノリン、酢酸ラノリン、ラノリン脂肪酸イソプロピル、POEラノリンアルコールエーテル、POEラノリンアルコールアセテート、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、POE水素添加ラノリンアルコールエーテル、卵黄油等；炭化水素油として、オゾケライト、スクワラン、スクワレン、セレンシン、パラフィン、パラフィンワックス、流動パラフィン、プリスタン、ポリイソブチレン、マイクロクリスタリンワックス、ワセリン等；高級脂肪酸としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、ウンデシレン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸、エイコサペンタエン酸(EPA)、ドコサヘキサエン酸(DHA)、イソステアリン酸、12-ヒドロキシステアリン酸等；高級アルコールとしては、ラウリ

ルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアルコール、ステアシルアルコール、ベヘニルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、イソステアシルアルコール、ヘキシルドデカノール、オクチルドデカノール、セトステアシルアルコール、2-デシルテトラデシノール、コレステロール、フィトステロール、POEコレステロールエーテル、モノステアシルグリセリンエーテル（バチルアルコール）等；エステル油としては、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸2-ヘキシルデシル、アジピン酸ジ-2-ヘプチルウンデシル、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、イソステアリン酸イソセチル、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、ジ-2-エチルヘキサノ酸エチレングリコール、2-エチルヘキサノ酸セチル、トリ-2-エチルヘキサノ酸トリメチロールプロパン、テトラ-2-エチルヘキサノ酸ペンタエリスリトール、オクタン酸セチル、オクチルドデシルガムエステル、オレイン酸オレイル、オレイン酸オクチルドデシル、オレイン酸デシル、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、クエン酸トリエチル、コハク酸2-エチルヘキシル、酢酸アミル、酢酸エチル、酢酸ブチル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸ブチル、セバシン酸ジイソプロピル、セバシン酸ジ-2-エチルヘキシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、パルミチン酸2-ヘキシルデシル、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、12-ヒドロキシステアリン酸コレステリル、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸2-ヘキシルデシル、ミリスチン酸ミリスチル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ヘキシル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸-2-オクチルドデシルエステル、リンゴ酸ジイソステアリン等；グリセライド油としては、アセトグリセライド、トリイソオクタン酸グリセライド、トリイソステアリン酸グリセライド、トリイソパルミチン酸グリセライド、トリ-2-エチルヘキサノ酸グリセライド、モノステアリン酸グリセライド、ジ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセライド、トリミリスチン酸グリセライド等；シリコン油としては、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、テトラメチルテトラヒドロジェンシクロテトラシロキサン、ステアロキシシリコン等の高級アルコキシ変性シリコン、高級脂肪酸変性シリコン、シリコン樹脂、シリコンゴム、シリコンレジン等；フッ素系油剤としては、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロデカリン、パーフルオロオクタン等が挙げられ、これらの油剤は必要に応じて一種、又は二種以上用いることが

できる。

【0012】ゲル化剤としては、アルミニウムステアレート、マグネシウムステアレート、ジンクミリスレート等の金属セッケン、N-ラウロイル-L-グルタミン酸、 α 、 γ -ジ-n-ブチルアミン等のアミノ酸誘導体、デキストリンパルミチン酸エステル、デキストリンステアリン酸エステル、デキストリン2-エチルヘキサノ酸パルミチン酸エステル等のデキストリン脂肪酸エステル、ショ糖パルミチン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル等のショ糖脂肪酸エステル、モノベンジリデンソルビトール、ジベンジリデンソルビトール等のソルビトールのベンジリデン誘導体、ジメチルベンジルドデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー、ジメチルジオクタデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー等の有機変性粘土鉱物等から選ばれるゲル化剤で、必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

【0013】アルコール類としては、エタノール、イソプロパノール等の低級アルコール、ソルビトール、マルトース等の糖アルコール等、ステロールとして、コレステロール、シトステロール、フィトステロール、ラノステロール等がある。

【0014】水溶性高分子としては、アラビアゴム、トラガcant、ガラクトン、キャロブガム、グアーガム、カラヤガム、カラギーナン、ペクチン、寒天、クインシード（マルメロ）、デンブ（コメ、トウモロコシ、バレイショ、コムギ）、アルゲコロイド、トラントガム、ローカストビーンガム等の植物系高分子、キサンタンガム、デキストラン、サクシノグルカン、プルラン等の微生物系高分子、コラーゲン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン等の動物系高分子、カルボキシメチルデンブ、メチルヒドロキシプロピルデンブ等のデンブ系高分子、メチルセルロース、エチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ニトロセルロース、セルロース硫酸ナトリウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム、結晶セルロース、セルロース末のセルロース系高分子、アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコールエステル等のアルギン酸系高分子、ポリビニルメチルエーテル、カルボキシビニルポリマー等のビニル系高分子、ポリオキシエチレン系高分子、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体系高分子、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリルアミド等のアクリル系高分子、ポリエチレンイミン、カチオンポリマー、ベントナイト、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ラボナイト、ヘクトライト、無水ケイ酸等の無機系水溶性高分子などがある。また、の中には、ポリビニルアルコールやポリビニルピロリドン等の皮膜形成剤も含まれる。

【0015】界面活性剤としては、アニオン性、カチオ

ン性、非イオン性及び両性の活性剤があるが、アニオン性界面活性剤としては、ステアリン酸ナトリウムやパルミチン酸トリエタノールアミン等の脂肪酸セッケン、アルキルエーテルカルボン酸及びその塩、アミノ酸と脂肪酸の縮合等のカルボン酸塩、アルキルスルホン酸、アルケンスルホン酸塩、脂肪酸エステル、スルホン酸塩、脂肪酸アミドのスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩とそのホルマリン縮合物のスルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、第二級高級アルコール硫酸エステル塩、アルキル及びアリルエーテル硫酸エステル塩、脂肪酸エステルの硫酸エステル塩、脂肪酸アルキロールアミドの硫酸エステル塩、ロート油等の硫酸エステル塩類、アルキリン酸塩、エーテルリン酸塩、アルキルアリルエーテルリン酸塩、アミドリリン酸塩、N-アシルアミノ酸系活性剤等；カチオン性界面活性剤としては、アルキルアミン塩、ポリアミン及びアミノアルコール脂肪酸誘導体等のアミン塩、アルキル四級アンモニウム塩、芳香族四級アンモニウム塩、ビリジウム塩、イミダゾリウム塩等；非イオン性界面活性剤としては、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンプロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンフィトスタノールエーテル、ポリオキシエチレンフィトステロールエーテル、ポリオキシエチレンコレスタノールエーテル、ポリオキシエチレンコレステリルエーテル、ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性オルガノポリシロキサン、アルカノールアミド、糖エーテル、糖アミド等；両性界面活性剤としては、ベタイン、アミノカルボン酸塩、イミダゾリン誘導体等が挙げられる。

【0016】粉体としては、通常の化粧料に使用されるものであれば、その形状（球状、針状、板状、等）や粒子径（煙霧状、微粒子、顔料級等）、粒子構造（多孔質、無孔質等）を問わず、いずれのものも使用することができ、例えば、無機粉体としては、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、酸化セリウム、酸化マグネシウム、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、タルク、合成雲母、マイカ、カオリン、セリサイト、白雲母、合成雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、ケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、

ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、ヒドロキシアパタイト、パーミキュライト、ハイジライト、ベントナイト、モンモリロナイト、ヘクトライト、ゼオライト、セラミックスパウダー、第二リン酸カルシウム、アルミナ、水酸化アルミニウム、窒化ホウ素、窒化ボロン、シリカ等；有機粉体としては、ポリアミドパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ポリウレタン、ベンゾグアナミンパウダー、ポリメチルベンゾグアナミンパウダー、テトラフルオロエチレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパウダー、セルロース、シルクパウダー、ナイロンパウダー、12ナイロン、6ナイロン、スチレン・アクリル酸共重合体、ジビニルベンゼン・スチレン共重合体、ビニル樹脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、フッ素樹脂、ケイ素樹脂、アクリル樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリカーボネイト樹脂、微結晶繊維粉体、コメデンブ、ラウロイルリジン等；界面活性剤金属塩粉体（金属石鹸）としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ミリスチン酸亜鉛、ミリスチン酸マグネシウム、セチルリン酸亜鉛、セチルリン酸カルシウム、セチルリン酸亜鉛ナトリウム等；有色顔料としては、酸化鉄、水酸化鉄、チタン酸鉄の無機赤色顔料、γ-酸化鉄等の無機褐色系顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒色顔料、マンガンバイオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色顔料、水酸化クロム、酸化クロム、酸化コバルト、チタン酸コバルト等の無機緑色顔料、紺青、群青等の無機青色顔料、タール系色素をレーキ化したもの、天然色素をレーキ化したもの、及びこれらの粉体を複合化した複合粉体等；パール顔料としては、酸化チタン被覆雲母、酸化チタン被覆マイカ、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、酸化チタン被覆着色雲母等；金属粉末顔料としては、アルミニウムパウダー、銅パウダー、ステンレスパウダー等；タール色素としては、赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色227号、赤色228号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、黄色204号、黄色401号、青色1号、青色2号、青色201号、青色404号、緑色3号、緑色201号、緑色204号、緑色205号、橙色201号、橙色203号、橙色204号、橙色206号、橙色207号等；天然色素としては、カルミン酸、ラッカイン酸、カルサミン、ブラジリン、クロシン等から選ばれる粉体で、これらの粉体を複合化したり、油剤やシリコン、又はフッ素化合物で表面処理を行な

った粉体でも良く、必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

【0017】紫外線吸収剤としては、パラアミノ安息香酸等の安息香酸系紫外線吸収剤、アントラニル酸メチル等のアントラニル酸系紫外線吸収剤、サリチル酸メチル等のサリチル酸系紫外線吸収剤、パラメトキシケイ皮酸オクチル等のケイ皮酸系紫外線吸収剤、2, 4-ジヒドロキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ウロカニン酸エチル等のウロカニン酸系紫外線吸収剤等が挙げられる。

【0018】保湿剤としては、ソルビトール、キシリトール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、1, 3-ブチレングリコール、グリセリン、ジグリセリン、ポリエチレングリコール、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ヒロリドンカルボン酸塩等がある。

【0019】防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等、抗菌剤としては、安息香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸エステル、パラクロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロルヘキシジン、トリクロロカルバニリド、感光素、フェノキシエタノール等がある。

【0020】酸化防止剤としては、トコフェロール、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシトルエン等、pH調整剤としては、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、dl-リンゴ酸、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素アンモニウム等、キレート剤としては、アラニン、エデト酸ナトリウム塩、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、リン酸等、清涼剤としては、L-メントール、カンフル等、抗炎症剤としては、アラントイン、グリチルレチン酸、トラネキサム酸、アズレン等が挙げられる。

【0021】美肌用成分としては、胎盤抽出液、アルブチン、グルタチオン、ユキノシタ抽出物等の美白剤、ロイヤルゼリー、感光素、コレステロール誘導体、幼牛血液抽出液等の細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、ノニル酸ワレニルアミド、ニコチン酸ベンジルエステル、ニコチン酸β-ブトキシエチルエステル、カプサイシン、ジンゲロン、カンタリスチンキ、イクタモール、カフェイン、タンニン酸、α-ボルネオール、ニコチン酸トコフェロール、イノシトールヘキサニコチネート、シクランデレート、シンナリジン、トラゾリン、アセチルコリン、ペラバミル、セファランチン、γ-オリザノール等の血行促

進剤、酸化亜鉛、タンニン酸等の皮膚収斂剤、イオウ、チアントロール等の抗脂漏剤等が挙げられ、ビタミン類としては、ビタミンA油、レチノール、酢酸レチノール、パルミチン酸レチノール等のビタミンA類、リボフラビン、酪酸リボフラビン、フラビンアデニンヌクレオチド等のビタミンB2類、ピリドキシン塩酸塩、ピリドキシンジオクタノエート等のビタミンB6類、L-アスコルビン酸、L-アスコルビン酸ジパルミチン酸エステル、L-アスコルビン酸-2-硫酸ナトリウム、dl-α-トコフェロール-L-アスコルビン酸リン酸ジエステルジカリウム等のビタミンC類、パントテン酸カルシウム、D-パントテニルアルコール、パントテニルエチルエーテル、アセチルパントテニルエチルエーテル等のパントテン酸類、エルゴカルシフェロール、コレカルシフェロール等のビタミンD類、ニコチン酸、ニコチン酸ベンジル、ニコチン酸アミド等のニコチン酸類、dl-α-トコフェロール、酢酸dl-α-トコフェロール、ニコチン酸dl-α-トコフェロール、コハク酸dl-α-トコフェロール等のビタミンE類、ビタミンP、ビオチン等がある。

【0022】アミノ酸類としては、アルギニン、アスパラギン酸、シスチン、システイン、メチオニン、セリン、ロイシン、トリプトファン等、核酸としては、デオキシリボ核酸等、ホルモンとしては、エストラジオール、エテニルエストラジオール等が挙げられる。

【0023】本発明の油中水型化粧料としては、乳液、クリーム、リップクリーム、ハンドクリーム、洗顔料等のスキンケア化粧料、ファンデーション、メイクアップ下地、頬紅、アイシャドウ、マスカラ、アイライナー、アイブロウ、オーバーコート剤、口紅等のメイクアップ化粧料、ヘアクリーム、コンディショナー、チックなどの頭髪化粧料などが挙げられる。剤型は液状、乳液状、固形状、ペースト状、ゲル状等種々の形態を選択することができる。

【0024】

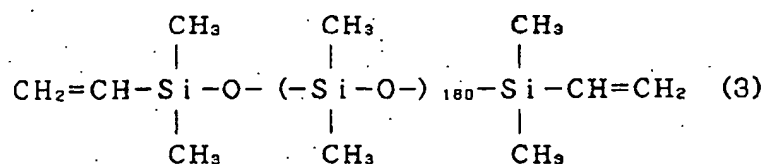
【実施例】以下に、本発明を実施例を挙げて説明するが、本発明は、これらによって何ら限定されるものではない。

【0025】(製造例1) オルガノポリシロキサン複合粉体A

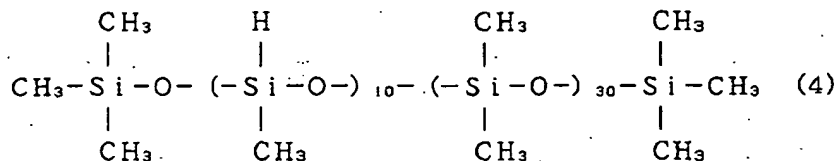
次の化学式(3)

【0026】

【化1】

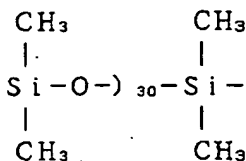


【0027】で示される粘度が600cStのメチルビニルシロキサン500gと、次の化学式(4)



【0029】で示される粘度が30cStのメチルハイドロジェンポリシロキサン20gを、1リットルのガラスビーカーに仕込み、ホモミキサーを用いて2,000rpmで攪拌混合した後、ポリオキシエチレン(付加モル数; 9モル)オクチルフェニルエーテル1g、水150gを加えて6,000rpmで攪拌、転相してから更に2,000rpm攪拌下、水329gを加え、O/W型エマルジョンを得た。このO/W型エマルジョンを锚型攪拌翼による攪拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で攪拌下、塩化白金酸-オレフィン錯体のトルエン溶液(白金含有量0.05%)1gと、ポリオキシエチレン(付加モル数; 9モル)オクチルフェニルエーテル1gの混合物を添加、12時間反応を行ない、球状微粒子分散液を得た。この分散液中の球状微粒子の平均粒径をコールターカウンター(コールターエレクトロニクス社製)を用いて測定したところ、15μmであった。次に、この球状微粒子分散液580g、水2,290g、及びアンモニア水(濃度28重量%)60gを3リットルのガラスフラスコに仕込み、10℃、200rpmの条件で锚型攪拌翼により攪拌を行ない、メチルトリメトキシシラン65gを20分かけて滴下した。液温5~15℃で4時間攪拌、更に55~60℃で1時間攪拌して得られた液を加圧ろ過器を用いて水約30%のケーキ状物とし、更に熱風循環乾燥機中で105℃で乾燥した後、ジェットミルで解砕して複合粉体を得られた。この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、15μmであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン樹脂が10重量部複合化されたものであった。

【0028】
【化2】



【0030】(製造例2)オルガノポリシロキサン複合粉体B

前記した製造例1のメチルトリメトキシシラン65gをメチルトリメトキシシラン55gとγ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン10gの混合物としたほかは、製造例1と同様にして複合粉体を作成した。この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、15μmであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン樹脂が11重量部複合化されたものであった。

【0031】(製造例3)オルガノポリシロキサン複合粉体C

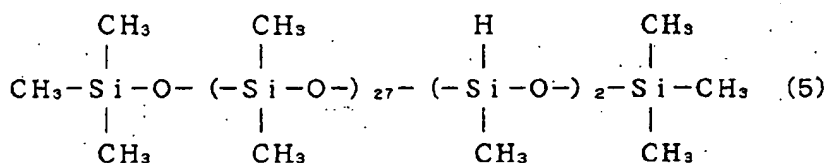
前記した製造例1におけるO/W型エマルジョン作成時に使用したポリオキシエチレン(付加モル数; 9モル)オクチルフェニルエーテルを5gとし、製造例1と同様にして球状微粒子分散液を得たが、この分散液中の粒子の平均粒径はコールターカウンターを用いて測定したところ、3μmであった。この球状微粒子分散液を製造例1と同様にして複合粉体を作成した。この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、3μmであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン樹脂が10重量部複合化されたものであった。

【0032】(製造例4)部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合体D

反応器中に、平均組成式(5)

【0033】

【化3】



【0034】で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン100g、エタノール62g、平均組成式がC₂H₂=CHCH₂O(C₂H₄O)₁₀CH₂CH=CH₂で示されるポリオキシアルキレン23.6g及び塩化白金酸

3%のエタノール溶液0.3gを仕込み、内温を70~80℃に維持して2時間攪拌した後、減圧下で溶媒を除去し、粒状の重合体を得た。

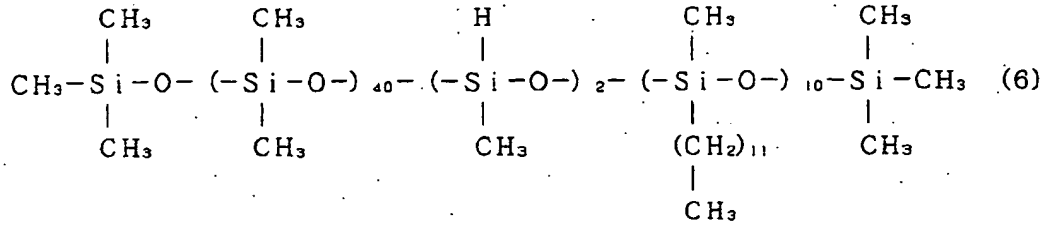
【0035】(製造例5)部分架橋型ポリエーテル変性

オルガノポリシロキサン重合体E

反応器中に、平均組成式(6)

【0036】

【化4】



【0037】で示されるオルガノハイドロジェンポリシロキサン100g、エタノール62g、平均組成式が $\text{C}_2\text{H}_5=\text{CHCH}_2\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_{10}\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$ で示されるポリオキシアルキレン2.6g及び塩化白金酸3%のエタノール溶液0.3gを仕込み、内温を70～80℃に維持して2時間攪拌した後、減圧下で溶媒を除去し、粒状の重合物を得た。

【0038】実施例1～2及び比較例1～3 油中水型下地化粧品

表1に示す組成の油中水型下地化粧品を調製し、その使用感及び使用性について下記の方法に従い、評価を行った。

【0039】

【表1】

(%)

(成分)	実施例		比較例		
	1	2	1	2	3
1. 部分架橋型シリル変性ポリシロキサン重合体D(製造例4)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
2. ジメチルシリキレン(6cs)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
3. デカメチルシロキサン	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
4. ポリジメチルシロキサン粉末(注1)	—	—	—	2.0	—
5. 有機シリコン硬化物粉末(注2)	—	—	—	—	2.0
6. 有機シリコン複合粉末A(製造例1)	2.0	—	—	—	—
7. 有機シリコン複合粉末D(製造例3)	—	4.0	—	—	—
8. 1,3-ブチレンジオール	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
9. グリセリン	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
10. 塩化ナトリウム	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
11. 防腐剤	適量	適量	適量	適量	適量
12. 香料	適量	適量	適量	適量	適量
13. 精製水	残量	残量	残量	残量	残量
(評価項目)					
なめらかさ	◎	◎	○	○	△
さっぱり感	◎	◎	△	△	×
後肌のさらさら感	◎	◎	△	◎	○
ファンデーションのつき	◎	◎	○	△	×
仕上がりの美しさ	◎	◎	△	×	×
化粧持続性	◎	◎	○	×	×

(注1)ポリジメチルシロキサン粉末(トクマケミカル社製)

(注2)有機シリコン硬化物粉末(トクマケミカル社製)

【0040】(製造方法)

A: 成分1～2を均一に混合後、成分3を加え、均一に混合する。

B: 成分8～11及び成分13を均一に混合する。

C: Aを攪拌しながら成分4～7を添加して充分に分散する。

D: CにBを攪拌しながら添加して乳化後、成分12を加えて油中水型下地化粧料を得た。

【0041】(評価方法) 女性50名の専門パネルにより使用テストを行ない、塗布時ののび広がり、なめらかさ、さっぱり感、後肌のさらさら感、またその上に市販のパウダーファンデーションを塗布し、ファンデーションのつき、仕上がりの美しさ(毛穴が目立たない)、化粧持続性(油光りやテカリ、よれ)について以下の基準で評価を行ない、その平均点で判定した。

〔評価基準〕

- 5点: 非常に良好
- 4点: 良好
- 3点: 普通
- 2点: やや不良
- 1点: 不良

〔判定〕

- ◎: 平均点4.5以上
- : 平均点3.5以上4.5未満
- △: 平均点2.5以上3.5未満
- ×: 平均点2.5未満

得られた結果を表1に併せて示す。

【0042】表1の結果から明らかなように、本発明の異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物を含有する油中水型化粧料は、塗布時のなめらかさ、後肌のさらさら感に優れ、またその上にパウダーファンデーションを塗布したときには、毛穴が目立たない美しい仕上がりで、テカリや油光りをおさえ、経時での化粧持ちに優れたものであった。

【0043】

実施例3 油中水型日焼け止めクリーム

(成分)	(%)
1. 部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合体D(製造例4)	5.0
2. ジメチルポリシロキサン(6cs)	10.0
3. トリオクタン酸グリセリル	5.0
4. デカメチルシクロペンタシロキサン	10.0
5. オルガノポリシロキサン複合粉体B(製造例2)	2.0
6. パラメトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル	5.0
7. 1,3-ブチレングリコール	10.0
8. 防腐剤	適量
9. 香料	適量
10. 精製水	残量

【0044】(製造方法)

- A: 成分1~6を均一に混合する。
 - B: 成分7~8及び成分10を混合し、均一に溶解する。
 - C: AにBを攪拌しながら添加する。
 - D: Cに成分9を加えて日焼け止めクリームを得た。
- 以上のようにして得られた本発明品の異種のオルガノボ

リシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物を含有する油中水型日焼け止めクリームは、塗布時ののび広がり、なめらかさ、さっぱり感、後肌のさらさら感に優れ、また汗、水に強く、化粧持続性の高いものであった。

【0045】

実施例4 固形状油中水型ファンデーション

(成分)	(%)
1. 部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合体E(製造例5)	10.0
2. ジメチルポリシロキサン(6cs)	10.0
3. オルガノポリシロキサン複合粉体C(製造例3)	5.0
4. デカメチルシクロペンタシロキサン	5.0
5. フラクトオリゴ糖脂肪酸エステル	7.0
6. トリオクタン酸グリセリル	10.0
7. カルボキシビニルポリマー	0.4
8. 水酸化ナトリウム	0.08
9. 1,3-ブチレングリコール	5.0
10. 酸化チタン	8.0
11. 無機着色顔料	2.0
12. マイカ	3.0

13. レシチン	0.3
14. 防腐剤	適量
15. 香料	適量
16. 精製水	残量

【0046】(製造方法)

A: 成分1~2を均一に混合後、更に成分3~4を加えて均一に混合する。

B: 成分5~6を混合後、均一に加熱溶解する。

C: 成分7~8及び成分14、16を混合し均一に溶解する。

D: 成分9~13を均一に混合後、Cに添加して均一に混合する

E: AにBを攪拌しながら添加する。

F: Eに成分15を添加し、更にDを加えて均一に混和し、加熱溶解後、容器に流し込んで冷却し、固形状油中

水型ファンデーションを得た。

以上のようにして得られた本発明品の異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物を含有する固形状油中水型ファンデーションは、塗布時ののび広がり、なめらかさ、さっぱり感、後肌のさらさら感に優れ、化粧膜も油光りやテカリがなく、毛穴が目立たない美しい仕上がりで、また汗、水に強く、化粧持続性の高いものであった。

【0047】

実施例5 クリーム状ファンデーション

(成分)	(%)
1. 部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン 重合体E (製造例5)	20.0
2. トリオクタン酸グリセリル	15.0
3. ジメチルポリシロキサン (6cs)	5.0
4. ホホバ油	10.0
5. 酸化チタン	8.0
6. 着色顔料	4.0
7. マイカ	3.0
8. オルガノポリシロキサン複合粉体B (製造例2)	20.0
9. 1,3-ブチレングリコール	4.0
10. 防腐剤	適量
11. 香料	適量
12. 精製水	残量

【0048】(製造方法)

A: 成分1~4を混合後、成分5~8を加えて均一分散する。

B: Aに成分9~12を加えて乳化し、クリーム状ファンデーションを得た。

以上のようにして得られた本発明品の異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物を含有するクリーム状ファンデーションは、塗布時ののび広がり、なめらかさ、後肌のさらさら感に優れ、化粧膜も油光りやテカリがなく、毛穴が目立たない美しい仕上がりで、汗、

水に強く、化粧持続性の高いものであった。

【0049】

【発明の効果】本発明品の、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン重合物を含有する油中水型化粧料は、なめらかさでのび広がりに優れ、さっぱりした使用感とともにさらさら感が持続し、化粧膜が油光りやテカリがなく、毛穴が目立たない美しい仕上がりで、化粧持ち、化粧持続性に優れ、しかも、使用性、経時安定性に優れるものである。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4C083 AA122 AB032 AB242 AB332
AB432 AC122 AC342 AC392
AC911 AD092 AD152 AD161
AD162 AD172 AD212 AD572
BB43 CC01 CC05 CC12 CC19
DD32 EE17